

**NORGES TEKNISK-  
NATURVITENSKAPELIGE UNIVERSITET  
INSTITUTT FOR KJEMI**

Faglig kontakt under eksamen:  
Navn: I.aman. Anne Fiksdahl  
Tlf.: 735 94094

**EKSAMEN I FAG SIK 3038 / MNK KJ 253**

**KROMATOGRAFI**

**Torsdag 30. mai 2002**  
**Tid: kl. 9.00 - 14.00 (5 timer)**  
(2,5 vekttall)

Språkform Bokmål (fire - 4 - sider)

Hjelpemidler: B1 - Typegodkjent kalkulator med tomt minne, i henhold til liste utarbeidet av NTNU tillatt. Ingen trykte eller håndskrevne hjelpemidler tillatt.

Sensuren faller onsdag 19. juni 2002.

---

1. Innen kromatografisk teori opererer man med begrepene/forkortelsene :  
(12p)  $k$  (eller  $k'$ ),  $\alpha$ ,  $t_R$ ,  $R_S$ ,  $N$ ,  $N_{eff}$  og  $HETP$  ( $H$ ).

- Hva kalles hver av disse begrepene/forkortelsene; forklar kort hva de uttrykker.
- Hva er minimumsverdien for  $\alpha$  og  $R_S$  ?
- Hvilke av begrepene over angir kun egenskapene ved kolonna, uavhengig av substansene som kromatograferes ?
- Hvilke av parametrene over kan økes for å gi en økning av  $R_S$  ?
- Hvordan kan  $N_{eff}$  uttrykkes vha. parametrene over?
- Hva er sammenhengen mellom  $k$  ( $k'$ ),  $t_R$  og  $t_0$  ?

2. (8p) For analyse av en blanding av  $N_2$ ,  $CH_4$ ,  $CO_2$  og  $H_2S$ . Foreslå:

- i) en egnet kromatografisk analysemetode (dvs. et kromatografisk prinsipp),
- ii) kolonnetype,
- iii) den mest egnede detektoren og
- iv) de(n) mest egnede mobile fasen(e).

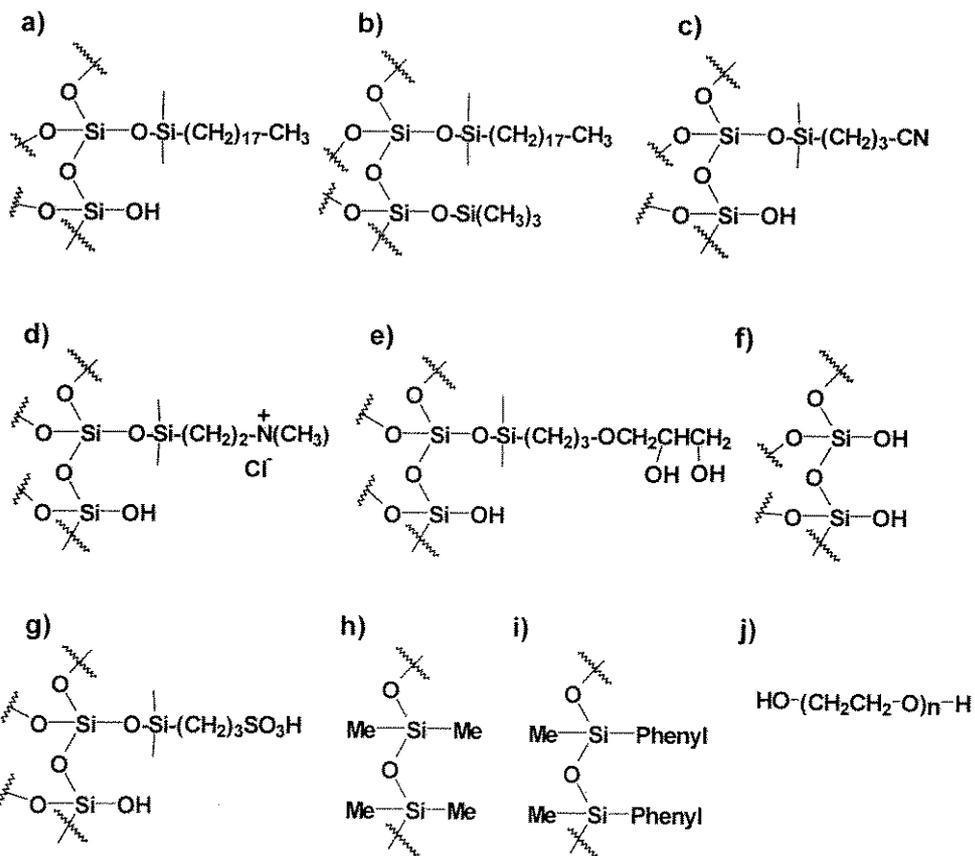
Kommentér kort.

3.

- a) (3p) Hvilke tre typer gradienter kan benyttes for SFC (superkritisk fluid kromatografi) ?
- b) (3p) Skissér et diagram som viser hvordan tettheten av et superkritisk fluid varierer med trykk og temperatur.
- c) (3p) Hvilke tre typer forbindelser kan SFC særlig anvendes for?
- d) (8p) Nevn fire detektorer som kan benyttes for SFC. Angi for hver av dem plassering av restriktor i forhold til detektoren. Forklar årsaken til plasseringen.

4. Hva benyttes forbindelsene a) – j) til ? (Se delstrukturer.)

(10x2p) Angi et navn eller en betegnelse for hver forbindelse og kommenter egenskapene.



5. Foreslå forventet elueringsrekkefølge og egnet detektor for HPLC-analyse av de respektive forbindelsene i a) – d) ved de angitte betingelsene:

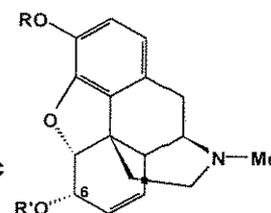
- a) (2p) etylbenzen, *p*-isopropyltoluen og 2-etyltoluen; kolonne/stasjonær fase: C18; eluent: acetonitril/vann (70/30);

(5.)

- b) (2p) codein, morfin og 6-acetylmorfin;  
kolonne/stasjonær fase: SiO<sub>2</sub>;  
eluent: hexane/diklor  
methan/MeOH (75/20/5);

Strukturer:

codein; R = Me, R' = Ac  
morfin; R og R' = H  
6-Ac-morfin, R = H, R' = Ac



- c) (2p) codein, morfin og 6-acetylmorfin;  
kolonne/stasjonær fase: ODS (oktadekylsilyl);  
eluent: MeOH/acetonitril;
- d) (3p) OPA- (ortoftalaldehyd-) derivater av hhv. *n*-dekyllamin, *n*-butylamin, *n*-oktyllamin og *n*-heksylamin; kolonne/stasjonær fase: C18; eluent: acetonitril/vann (25/75);  
Angi den kjemiske strukturen for et av OPA-derivatene over .
- e) (4p) Hvordan vil retensjonstidene,  $t_R$ , halvhøydebreddene,  $t_{w0,5}$ , retensjonsfaktor,  $k$ , (=kapasitetsfaktor,  $k'$ ) og oppløsningsevne,  $R_S$ , for toppene i kromatogrammene over endres dersom mobilfase-hastigheten dobles ?

6.

- a) (3p) Hvilke ønskede egenskaper (nevn 3) bør en stasjonær fase for gass-væske-kromatografi, GLC, ha ?
- b) (3p) Hvilke bæregasser vil egne seg for GLC-analyse av propanon og propan-2-ol ?
- c) (1p) Hvorfor egner ikke gass-faststoff-kromatografi, GSC, seg for "vanlige" organisk kjemiske formål ?
- d) (2p) Hvorfor benyttes andre injeksjons-systemer for kapillær GC (HRGC) enn for pakkede kolonner ?
- e) (3p) Vis med skisser typiske GLC-kromatogram for hhv. pakket og kapillær-kolonne slik at forskjellen fremkommer tydelig. Hva skyldes forskjellen ?

Basert på informasjonen gitt under, beregn:

- f) (2p) Hvor mange % av hhv. isopropylamin og diethylamin foreligger i den mobile fasen ?
- g) (4p) To uttrykk kan benyttes for beregning av oppløsningen,  $R_S$ , av forbindelse 3 og 4. Utfør beregningene på begge måter (svarene kan bli litt forskjellige).
- h) (1p) Hvordan kan verdien for  $t_0$  som er oppgitt i tabellen beregnes ut fra de oppgitte data ?
- i) (2p) Forklar hvorfor elueringsrekkefølgen er som forventet i kromatogrammet.
- j) (1p) Hva slags kromatografisk prinsipp er denne analysen et eksempel på ?
- k) (2p) Hva er, generelt, fordeler og ulemper med bruk av N<sub>2</sub> som bæregass ?

Data til oppgaven 6.f) - 6.j) :

### Primary, secondary, tertiary amines C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>

Separation of underivatized volatile amines on a wide-bore fused silica CP-Sil 5 CB column

Technique : GC - capillary

Column : 10 m × 0.53 mm fused silica WCOT  
CP-Sil 5 CB (5.0 μm) (Cat.no. 7645)

Temperature : 50° C → 200° C, 5° C/min

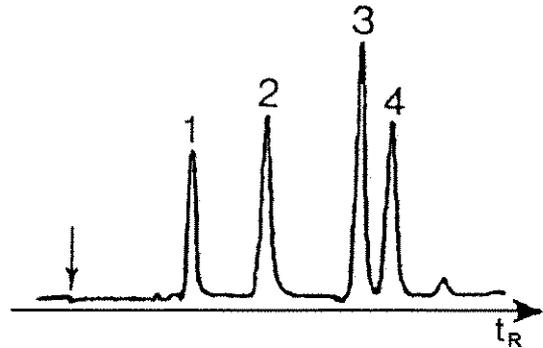
Carrier gas : N<sub>2</sub>, 10 kPa (0.1 bar), 52 cm/s

injector : direct  
T = 300° C

Detector : FID, 100 × 10<sup>-12</sup> Afs  
T = 275° C

Sample size : 0.2 μl

Solvent sample : tetrachloroethene (perchloroethylene)



Peak identification: ( t <sub>0</sub> )	Topp	t <sub>R</sub> (0,32 min)	t <sub>w,0.5</sub>
1. isopropylamine	1	1,12 min	6,7 sec
2. diethylamine	2	1,98 min	8,0 sec
3. diisopropylamine	3	2,97 min	8,2 sec
4. triethylamine	4	3,23 min	9,3 sec